

g

Patente Española

MEMORIA

descriptiva sobre : " Procedimiento de preparación de oxido de glucinio "

POR

COMPAGNIE DE PRODUITS CHIMIQUES ET ELECTROMETALLURGIQUES  
ALAIS FROGES ET CAMARGUE.-

DE

PARIS,

Francia.-

In la m  
7



MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar una  
P A T E N T E D E I N V E N C I O N  
por VEINTE AÑOS en  
E S P A Ñ A

por: PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE OXIDO DE GLUCINIO.

A favor de la  
Compagnie de Produits Chimiques et Electrometallurgiques  
ALAIS, FROGES et CAMARGUE.  
domiciliada en Francia, Nº 23 rue Balzac, Paris,

---

La preparacion del oxido de glucinio ( $G1O$ ), a partir del berilo natural como materia primera inicial, exigia hasta al presente, operaciones complicadas.

El mejor metodo de tratamiento previo del berilo siendo actualmente el por ataque por el fluosilicato de sodio a cerca de  $650^{\circ}$ - $700^{\circ}$  C, del cual se sacaba, por disolucion, el fluoruro doble de glucinio y de sodio, es éste ultimo compuesto que sirve de punto de partida para el presente procedimiento.

Se sabe que el fluoruro doble de glucinio y de sodio que se retira así de la disolucion procedente del ataque del berilo por



el fluosilicato de sodio, es un complejo en el cual el glucinio está unido al sodio de una manera particularmente fuerte y tal que el amoniaco, que precipita praticamente todo el glucinio, al estado de oxido hidratado, en las soluciones de las otras sales de glucinio (cloruro, sulfato, nitrato) no ~~se~~ separa ni aun el glucinio del sodio cuando están unidos por el fluoro.

Los hidroxidos alcalinos (NaOH y KOH), adicionados, en solucion, al fluoruro de glucinio y de sodio, tampoco producen una precipitacion adecuada del glucinio al estado de hidroxido.

Tanto menos se puede obtener la separacion del elemento glucinio, en la misma solucion acuea de éste fluoruro doble, por medio de los carbonatos alcalinos ( $\text{CO}_3\text{Na}_2$  o  $\text{CO}_3\text{K}_2$ ), adicionados en solucion.

El procedimineto con arreglo al invento permite obtener el oxido de glucinio a partir de un fluoruro doble de éste metal y de un metal alcalino, mezclando intimamente el fluoruro doble de glucinio y de metal alcalino con un carbonato alcalino, calcinando ésta mezcla y limpiandola después con agua caliente, de manera de arrastrar el metal alcalino del fluoruro doble al estado de fluoruro alcalino disuelto y de hacer pasar el glucinio al estado de oxido insoluble que va separado.

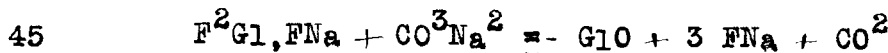
Se procede, por ejemplo, del fluoruro complejo  $\text{F}_2\text{Gl}, \text{FNa}$  al estado seco y finamente pulverizado, en que se mezcla inrimamente una molecula de  $\text{CO}_3\text{Na}_2$  en polvo.

Esta mezcla va en seguida calcinada durante un tiempo suficiente, en un crisol o en una solera apropiada, de magnesia o de glucina por ejemplo, después de que la masa cocida va limpiada con agua caliente, la parte insoluble limpiandose asimismo cuidadosamente.

Las aguas calientes de éstas limpiaduras llevan el fluoruro de sodio que existia asi como el que se ha formado por calcinacion, mientras que el glucinio se hace insoluble y se depone al

estado de oxido (G10) en pasta.

La reaccion es la siguiente:



Es evidentemente eficaz emplear in exceso de carbonato alcalino, diez por ciento por ejemplo, encima de lo que indica la relacion estequiometrica entre  $F^2G1$  y  $CO^3Na^2$ , que es la sola que hay que considerar.

50 Sucede, en efecto, en la practica, que el fluoruro doble contiene un leve exceso de fluoruro de glucinio o, inversamente, que corresponde a la formula  $F^2G1, 2FNa$ .

En todos los casos, una dosificacion del glucinio permite determinar la proporcion adecuada de  $CO^3Na^2$  que hay que emplear, 55 asi como se ha indicado más arriba.

La temperatura de calcinacion puede comprender un margen bastante ancho. Es conveniente tenerse entre 525 y 550° C. Se puede subir más alto, el límite practico siendo el punto de fusion de la mezcla que conviene no alcanzar.

60 La duracion de la calcinacion dependiendo de la masa empleada, mientras que va reducida por la temperatura y por la frecuencia del braceo, se reconoce el estado de adelanto y la fin de la reaccion por el examen de una prueba sacada durante la operacion.

65 El oxido de glucinio (G10) obtenido en pasta, asi como se ha descrito más arriba, es un producto industrial que puede retener todavia algunos centesimos de fluoruro de sodio segun el cuidado con que se ha efectuada la limpiadura.

El rendimiento del procedimiento es notablemente elevado.

70 Desecando ésta pasta a una temperatura de estufa (120 hasta 130° C.), se puede obtener el G10 en polvo, conteniendo un poco de agua y que se disuelve, particularmente en caliente, letamente en el acido nitrico, rapidamente y completamente en los acidos clorhidrico e fluorhidrico.

Con éste oxido, obtenido asi en el modo el más sensillo y eco-



75 nomico, se puede ventajosamente preparar el fluoruro de glucinio y el oxifluoruro, que son los compuestos los más importantes para la producción del glucinio metálico y de sus aleaciones, así como de otras sales derivadas.

80 El fluoruro de sodio, que sale de la operación, puede recogerse por cristalización; la alcalinidad de la solución yendo neutralizada por una adición de ácido fluorhídrico, lo que, en práctica, hace esta solución únicamente formada de fluoruro alcalino y capaz así de ir utilizada tal cual.

85 Esta solución contiene, salvo las pérdidas operatorias, el fluoruro que componía el fluoruro doble de glucinio.

Es evidente que el invento no se limita al modo de ejecución tal y como se ha descrito y que el procedimiento comprende un gran número de variantes, particularmente la sustitución del fluoruro doble de glucinio y de sodio por un fluoruro de glucinio y de potasio, la sustitución del carbonato de sodio por carbonato de potasio en la mezcla destinada a la calcinación, la sustitución de uno o de otro de éstos carbonatos, por un producto alcalino que <sup>se</sup> transforme en compuesto básico por calcinación, así como un oxalato o acetato alcalino, Etc....

95 También se puede producir ventajosamente la mezcla íntima del fluoruro doble e del carbonato alcalino destinado a la calcinación, cuando se procede de la solución de fluoruro doble, operando en el modo siguiente:

100 En la solución del fluoruro doble se adiciona en primer lugar una pequeña dosis de carbonato alcalino, lo que produce la precipitación de los metales pesados que pueden existir en pequeña cantidad; se separa éste precipitado y, en la solución de fluoruro doble así apurada, se adiciona el complemento de carbonato alcalino que corresponde al tanto por ciento de fluoruro de glucinio según la relación indicada más arriba. Se evapora en seguida a seco toda la solución, de preferencia agitando, y se extrae fi-



nalmente la masa que se debe calcinar y que es conveniente triturar previamente.

- N O T A -

Los puntos de invencion propia y nueva que se presentan para  
110 que sean objeto de ésta Patente de Invencion, son los siguientes:

1- Procedimiento de preparacion de oxido de glucinio a partir  
de un fluoruro doble de éste metal y de un metal alcalino, que con-  
siste en mezclar intimamente el fluoruro doble de glucinio y de  
metal alcalino acon un carbonato alcalivo, en calcinar ésta mez-  
115 cla y en limpiar después con agua caliente, de manera de arras-  
trar el metal alcalino del fluoruro doble al estado de fluoruro  
alcalino disuelto y en hacer pasar el glucinio al estado de oxido  
insoluble que va separado.

2- Procedimiento como el reivindicado en el punto 1, caracte-  
120 rizado por el hecho de que, cuando se procede de una solucion de  
un fluoruro doble de glucinio y de un metal alcalino, se adiciona  
en primer lugar una pequeña cantidad de carbonato alcalino en ésta  
solucion, para precipitar los metales pegados que pueden existir  
en pequeña cantidad en el fluoruro doble, se separan los precipi-  
125 tados formados y, después de la adicion del complemento todavia  
necesario de carbonato alcalino en la solucion de fluoruro doble  
asi apurada, se evapora en seco el filtrado, antes de calcinar y  
limpiar con agua caliente.

3- Procedimiento como el reivindicado en los puntos 1 o 2, ca-  
130 racterizado por el hecho de que se substituye el carbonato alcali-  
no por un compuesto que se transforma a la calcinacion en un reac-  
tivo equivalente relativamente al fluoruro doble.

4- Procedimiento como el reivindicado en los puntos 1, 2 o 3,  
caracterizado por el hecho de que se recupera, al estado de fluo-  
135 ruro alcalino, la mayor parte del fluoro empleado en la operacion.



1 OCT. 1932

52.- Procedimiento de preparaci3n de 3xido de glucinio, tal y como se ha descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de seis hojas escritas por una sola cara.

140.

Madrid, 31 Octubre de 1932.  
Compagnie de Produits Chimiques et Electrometallurgiques ALAIS, FROGES ET CAMARGUE.

FOR PODEF

SANTOS L. CE

P. P.

OTROSI: Tambien se hace constar que dicho invento se refiere a una patente presentada en Francia con fecha 28 de Noviembre de 1931, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor.